

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2002年11月29日  
Date of Application:

出願番号 特願2002-349174  
Application Number:  
[ST. 10/C]: [JP 2002-349174]

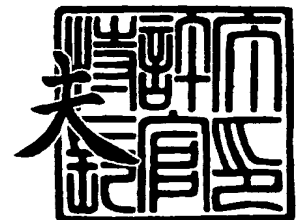
出願人 本田技研工業株式会社  
Applicant(s): 大同メタル工業株式会社



2003年12月25日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井 康



出証番号 出証特2003-3107451

【書類名】 特許願

【整理番号】 H102347101

【提出日】 平成14年11月29日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 H01G 9/058  
H01G 9/016

【発明の名称】 電気二重層コンデンサ用の分極性電極及び電気二重層コンデンサ用の分極性電極の製造方法

【請求項の数】 3

【発明者】

【住所又は居所】 埼玉県和光市中央1丁目4番1号 株式会社本田技術研究所内

【氏名】 岩井田 学

【発明者】

【住所又は居所】 埼玉県和光市中央1丁目4番1号 株式会社本田技術研究所内

【氏名】 小山 茂樹

【発明者】

【住所又は居所】 埼玉県和光市中央1丁目4番1号 株式会社本田技術研究所内

【氏名】 佐藤 健児

【発明者】

【住所又は居所】 埼玉県和光市中央1丁目4番1号 株式会社本田技術研究所内

【氏名】 村上 顕一

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県犬山市大字前原字天道新田 大同メタル工業株式会社内

【氏名】 尾崎 幸樹

**【発明者】**

**【住所又は居所】** 愛知県犬山市大字前原字天道新田 大同メタル工業株式会社内

**【氏名】** 筒井 正典

**【特許出願人】**

**【識別番号】** 000005326

**【氏名又は名称】** 本田技研工業株式会社

**【特許出願人】**

**【識別番号】** 591001282

**【氏名又は名称】** 大同メタル工業株式会社

**【代理人】**

**【識別番号】** 100064908

**【弁理士】**

**【氏名又は名称】** 志賀 正武

**【選任した代理人】**

**【識別番号】** 100108578

**【弁理士】**

**【氏名又は名称】** 高橋 詔男

**【選任した代理人】**

**【識別番号】** 100101465

**【弁理士】**

**【氏名又は名称】** 青山 正和

**【選任した代理人】**

**【識別番号】** 100094400

**【弁理士】**

**【氏名又は名称】** 鈴木 三義

## 【選任した代理人】

【識別番号】 100107836

【弁理士】

【氏名又は名称】 西 和哉

## 【選任した代理人】

【識別番号】 100108453

【弁理士】

【氏名又は名称】 村山 靖彦

## 【手数料の表示】

【予納台帳番号】 008707

【納付金額】 21,000円

## 【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9705358

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 電気二重層コンデンサ用の分極性電極及び電気二重層コンデンサ用の分極性電極の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 活性炭粉末と結着材と潤滑用有機溶媒とを混練し、シート状に成形して電極用シートを作製する電極成形工程と、前記潤滑用有機溶媒を除去して分極性電極とする電極乾燥工程とを具備してなる電気二重層コンデンサ用の分極性電極の製造方法であり、

前記電極乾燥工程における前記電極用シートに含まれる有機化合物の除去を、前記電極用シートを略平面形状に広げた状態で行うことを特徴とする電気二重層コンデンサ用の分極性電極の製造方法。

【請求項 2】 前記電極乾燥工程において、前記電極用シートに含まれる有機化合物を含有量が電極用シートの重量に対して 8 0 0 p p m 以下となるまで除去することを特徴とする請求項 1 に記載の電気二重層コンデンサ用の分極性電極の製造方法。

【請求項 3】 活性炭粉末に結着材が混合されてなる電気二重層コンデンサ用の分極性電極であり、該分極性電極中に含まれる有機化合物の濃度が 8 0 0 (電極シート重量に対して ppm) 以下であることを特徴とする電気二重層コンデンサ用の分極性電極。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】

本発明は、電気二重層コンデンサ用の分極性電極及びその製造方法に関するものである。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

電気二重層コンデンサは、ファラッド級の大容量を有し、充放電サイクル特性にも優れることから、電気機器のバックアップ電源、車載バッテリー等の用途に使用されている。

**【 0 0 0 3 】**

この電気二重層コンデンサは、一対の分極性電極と、該一対の分極性電極の間に配置されたセパレータと、電解液とを備えて構成されている。セパレータによって分離された分極性電極がそれぞれ陽極および陰極として作用するよう構成されている。このような電気二重層コンデンサの分極電極の材料としては、微細な細孔を有する活性炭が通常用いられる。電解液中の電解質イオンが活性炭の細孔中に吸着集合することによって電気二重層が形成され、これによりコンデンサの陽極および陰極が構成される。

**【 0 0 0 4 】**

上記の分極性電極の製造方法としては、下記特許文献 1 に記載の製造方法が開示されている。この製造方法は、活性炭粉末と含フッ素重合体樹脂と液状潤滑剤（潤滑用溶媒）からなる混和物をシート状に成形した後、液状潤滑剤を加熱、抽出等の手段で除去するというものである。尚、液状潤滑剤を具体的にどのような手段でどの程度まで除去するかについては何ら示されていない。

**【 0 0 0 5 】****【特許文献 1】**

特公平 7 - 1 0 5 3 1 6 号公報

**【 0 0 0 6 】****【発明が解決しようとする課題】**

ところで、電気二重層コンデンサに用いられる活性炭は、本来、化学物質の吸着能力に優れるといった性質があり、この吸着能力は前述した活性炭の細孔の存在に由来するものである。従って、液状潤滑剤が十分に除去されず細孔内に残存した場合には、電解質イオンの吸着集合による電気二重層の形成が妨げられて、電気二重層コンデンサの内部抵抗が増大するといった問題があった。

**【 0 0 0 7 】**

本発明は上記事情に鑑みてなされたものであり、潤滑用溶媒等の残存量が少ない分極電極及びその製造方法を提供することを目的とする。

**【 0 0 0 8 】****【課題を解決するための手段】**

上記の目的を達成するために、本発明は以下の構成を採用した。

次に本発明の電気二重層コンデンサ用の分極性電極の製造方法は、活性炭粉末（例えば、実施形態における活性炭粉末 1）と結着材（例えば、実施形態における P T F E 2）と潤滑用有機溶媒（例えば、実施形態における I P A 3）とを混練し、シート状に成形して電極用シート（例えば、実施形態における電極用シート 8）を作製する電極成形工程（例えば、実施形態における原料混合工程 S T 1 からシート化圧延・圧延工程 S T 4 まで）と、前記潤滑用有機溶媒を除去して分極性電極（例えば、実施形態における分極性電極 1 1）とする電極乾燥工程（例えば、実施形態における集電体接着工程 S T 5 から連続乾燥工程 S T 6 まで）とを具備してなる製造方法であり、前記電極乾燥工程における前記電極用シートに含まれる有機化合物（例えば、実施形態における残存 I P A、D I P E、P C、アセトン等）の除去を、前記電極用シートを略平面形状に広げた状態で行うことを特徴とする。

#### 【0 0 0 9】

係る分極電極の製造方法によれば、電極乾燥工程における潤滑溶融機溶媒等の有機化合物の除去を、電極用シートを略平面形状に広げた状態で行うので、電極用シート表面近傍の雰囲気中において前記有機化合物の飛散物（蒸発物）が滞留し難くなり、その結果電極用シートからの有機化合物の除去効率が向上する。そして、活性炭粉末の細孔内に残存する有機化合物量を少なくすることが可能になり、活性炭粉末に対する電解質イオンの吸着による電気二重層の形成が妨げられるおそれがなくなる。これにより、活性炭粉末の細孔内部に電気二重層が十分に形成されて活性炭粉末と電解液との間の拡散抵抗が小さな分極性電極が得られる。

#### 【0 0 1 0】

また本発明の電気二重層コンデンサ用の分極性電極の製造方法は、先に記載の電気二重層コンデンサ用の分極性電極の製造方法であり、前記電極乾燥工程（例えば、実施形態における集電体接着工程 S T 5 から連続乾燥工程 S T 6 まで）において、前記電極用シート（例えば、実施形態における電極用シート 8）に含まれる有機化合物（例えば、実施形態における残存 I P A、D I P E、P C、アセ

トン等) を含有量が電極用シートの重量に対して 8 0 0 p p m 以下となるまで除去することを特徴とする。

#### 【0 0 1 1】

係る分極電極の製造方法によれば、連続電極乾燥工程における潤滑溶融機溶媒等の有機化合物を、8 0 0 (ppm (電極シート重量に対して)) 以下の濃度になるまで除去するので、その後のセル乾燥が容易となり、活性炭粉末の細孔内に残存する有機化合物量を少なくすることが可能になり、活性炭粉末に対する電解質イオンの吸着による電気二重層の形成が妨げられるおそれなくなる。これにより、活性炭粉末の細孔内部に電気二重層が十分に形成されて活性炭粉末と電解液との間の拡散抵抗が小さな分極性電極が得られる。

#### 【0 0 1 2】

本発明の電気二重層コンデンサ用の分極性電極 (例えば、実施形態における分極性電極 1 1) は、活性炭粉末 (例えば、実施形態における活性炭 1) に結着材 (例えば、実施形態における P T F E 2) が混合されてなり、該分極性電極中に含まれる有機化合物 (例えば、実施形態における残存 I P A、D I P E、P C、アセトン等) の濃度が 8 0 0 (ppm (電極用シート重量に対して)) 以下であることを特徴とする。尚、有機化合物には分極電極中の結着材が含まれない。

#### 【0 0 1 3】

係る電気二重層コンデンサ用の分極性電極によれば、該分極性電極中に含まれる有機化合物の濃度が 8 0 0 (ppm (電極用シート重量に対して)) 以下とされているので、活性炭粉末の細孔内に残存する有機化合物量が少なく、電解質イオンの吸着による電気二重層の形成が妨げられるおそれがない。これにより、活性炭粉末の細孔内部に電気二重層が十分に形成され、活性炭粉末と電解液との間の拡散抵抗が小さくなる。

#### 【0 0 1 4】

有機化合物の濃度が 8 0 0 (ppm (電極用シート重量に対して)) を越えていると、係る電極を用いた電気二重コンデンサの作製に際して、加熱や減圧により電極体の有機化合物を有用に除去するのが極めて困難になり、その結果、電解質イオンの吸着による電気二重層の形成が妨げられ、活性炭粉末と電解液との間の拡



散抵抗が大きくなり、電気二重層コンデンサ用の分極性電極としての電極性能が低下するので好ましくない。

#### 【0015】

##### 【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態を図面を参照して説明する。

本実施形態で説明する電気二重層コンデンサの製造方法は、活性炭粉末と結着材と潤滑用有機溶媒とを混練してシート状に成形する電極成形工程と、前記潤滑用有機溶媒を加熱除去して分極性電極とする電極乾燥工程と、前記分極性電極とセパレータとを重ねて捲回して捲回体を得る捲回工程と、前記捲回体をコンデンサ容器に挿入した後に前記捲回体中に残存する有機化合物を真空乾燥により除去する真空乾燥工程と、前記コンデンサ容器に電解液を注液する注液工程と主体として構成されている。図1～図3に、各工程の内容を説明する工程図を示している。以下、図1～図3を参照して各工程を順次説明する。

#### 【0016】

図1には、活性炭粉末と結着材と潤滑用有機溶媒とを混練してシート状に成形する電極成形工程の工程図を示す。電極成形工程は、図1Aに示す原料混合工程ST1と、図1Bに示す混練工程ST2と、図1Cに示す粉碎工程ST3と、図1Dに示すシート化・圧延工程ST4とから構成されている。

#### 【0017】

まず、図1Aに示すように、原料混合工程ST1では、分極性電極の原料を攪拌機31に投入して混合することにより混合粉末5を得る。投入する原料は、活性炭粉末1とポリフッ化エチレン2（以下、PTFE2と表記する）とイソプロピルアルコール3（以下、IPA3と表記する）とカーボンプラック4（以下、CB4と表記する）である。攪拌機31としては例えば、一般的な一軸羽付き攪拌機等を用いることができる。

#### 【0018】

活性炭1は、例えばフェノール樹脂等の難黒鉛性材料を焼成して炭化した後、水蒸気等による賦活処理（活性化処理）を行い、更に粉碎して得られたものを用いることができる。またPTFE2（結着材）は、後の混練工程ST2にて繊維

化されることにより活性炭粉末 1 等を結着するものである。また I P A 3（潤滑用有機溶媒）は本工程 S T 1 と次の混練工程 S T 2 において原料同士の混合等を円滑に行うものである。また、C B 4 は分極性電極に導電性を付与する為のものである。尚、潤滑用有機溶媒は I P A に限るものではなく、他のアルコール類やケトン類等を用いても良い。また C B 4 には、アセチレンブラックやケッチェンブラック等を用いても良い。

#### 【0 0 1 9】

各原料の混合比は例えば、活性炭 1 を 9 6 ～ 5 0 重量部、P T F E 2 を 2 ～ 2 0 重量部、I P A 3 を 2 ～ 8 0 重量部、C B 4 を 0 ～ 2 0 重量部とすることが好ましい。

#### 【0 0 2 0】

次に図 1 B に示すように、混練工程 S T 2 では、原料混合工程 S T 1 で得た混合粉末 5 を混練機 3 2 に投入して混練することにより、混合粉末にせん断力を加えて P T F E 2 を繊維化させて混合粉末を塊状物 6 とする。混練機 3 2 としては、例えば、一般的な二軸混練機を用いることができる。

#### 【0 0 2 1】

次に図 1 C に示すように、粉碎工程 S T 3 では、混練工程 S T 2 で得た塊状物 6 を粉碎機 3 3 により粉碎して粒状物を得る。粉碎は、例えば粒状物の粒径が 0 . 1 ～ 1 mm 程度になるまで行うことが好ましい。粉碎機 3 3 としては、例えば、一般的なせん断型粉碎機等を用いることができる。

#### 【0 0 2 2】

次に図 1 D に示すように、シート化・圧延工程 S T 4 では、粉碎工程 S T 3 で得られた粒状物 7 をシート化するとともに所定の厚みになるように圧延して電極用シート 8 を得る。粒状物 7 をシート化するには、図 1 D に示すようなシート成型機 3 4 を用いる。このシート成型機 3 4 は、粒状物 7 を投入するホッパ 3 4 a とホッパ 3 4 a の出口側に配された一対のローラ 3 4 b、3 4 b を有しており、粒状物 7 がホッパ 3 4 a 出口から一対のローラ 3 4 b、3 4 b 間に供給されて圧縮されることによりシート 9 が得られる。続いてこのシート 9 を一対の圧延ローラ 3 5 a からなる圧延機 3 5 に送り、圧延を行うことで電極用シート 8 が得られ

る。圧延は電極用シート 8 の厚みが 130～160  $\mu$ m 程度になるまで行うことが好ましい。

#### 【0023】

次に図 2 には、IPA3（潤滑用有機溶媒）を加熱除去して分極性電極とする電極乾燥工程の工程図を示す。電極乾燥工程は、図 2 A に示す集電体接着工程 ST5 と、図 2 B に示す連続乾燥工程 ST6 とから構成されている。また、図 2 C には分極電極の斜視図を示している。

#### 【0024】

まず図 2 A に示す集電体接着工程 ST5 では、接着装置 35 を用いて、シート化・圧延工程 ST4 で得られた電極用シート 8 に A1 箔からなる集電体 19 を接着して電極体シート 10 を得る。接着装置 35 は、接着剤 18 を集電体 19 に塗布する転写ローラ 35a と、転写ローラ 35a に接着剤を供給するために接着剤 18 を満たした接着剤容器 35b と、転写ローラ 35a に対向配置された集電体送りローラ 35c と、シート送りローラ 35d とから構成されている。転写ローラ 35a と集電体ローラ 35c が回転して集電体 19 が送り出されるとともに転写ローラ 35a により集電体 19 の一方の面に接着剤 18 が塗布され、続いてシート送りローラ 35d により供給された電極用シート 8 が、接着剤 18 を介して集電体 19 の一方の面に貼り合わされる。このようにして電極体シート 10 が得られる。図 2 A に示す電極体シート 10 は集電体 19 の一面側のみに電極用シート 8 が貼り合わされたものだが、本工程 ST5 を再度行うことにより、集電体 19 の両面に電極用シート 8、8 を貼り合わせることで、集電体 19 の両面に活性炭粉末 1 が配された電極体シート 10 が得られる。

#### 【0025】

次に図 2 B に示す連続乾燥工程 ST6 では、集電体接着工程 ST5 により得た電極体シート 10 を連続加熱炉 36 に導入して加熱することにより、電極体シート中に含まれる IPA3 を加熱除去する。連続乾燥炉 36 は、電極体シート 10 が通過する搬送路 36a と、搬送路 36a を挟んで対向する一対の加熱装置 36b、36b とから構成されている。加熱装置 36b、36b は搬送路 36a の搬送方向に沿って配置されている。また、加熱装置 36b、36b は、各種の乾燥

方式のものを採用することができ、例えば、温風乾燥、遠赤外線乾燥、誘電加熱による乾燥などの方式のものを採用できる。また、場合によっては電極体シート 10 を減圧雰囲気下に配置して所定の物質を蒸発させる方式も採用できる。ただし、いずれの乾燥方式の場合においても、潤滑用有機溶媒（IPA3）の沸点より高い温度まで電極体シート 10 を加熱できるものが好ましい。例えば IPA3 を加熱除去するには電極体シート 10 を 150℃程度に加熱除去できるものが良い。

電極体シート 10 を乾燥するには、連続乾燥炉 36 の搬送路上流側から電極体シート 10 を搬送し、一对の乾燥装置 36b、36b の間に電極体シート 10 を通過させて加熱する。

#### 【0026】

連続乾燥工程 ST6 により、電極体シート 10 に含まれる IPA3 の大部分が加熱除去され、ごく一部が残存 IPA として電極体シート 10 に残存する。また、この連続乾燥工程 ST6 によって、残存 IPA のさらにごく一部が、活性炭粉末表面でエーテル化してジイソプロピルエーテル（以後、DIP E と表記する）に変化し、この DIP E も電極体シート 10 に残存する。以後の本明細書では、「残存 IPA」及び「DIP E」を「有機化合物」と総称する。

そして、連続乾燥後の電極体シート 10 を所定の長さに切断することにより、図 2C に示すように、集電体 19 の両面に分極性電極 11 が貼り合わされてなる電極体 12 が得られる。

#### 【0027】

図 2B に示すように、連続乾燥工程 ST6 に供される電極体シート 10 は、略平面形状に広げられた状態で連続乾燥炉 36 内を搬送されるので、集電体シート 10 の両面から効率よく有機化合物の除去を行うことができるようになっている。すなわち、仮に後述の捲回工程 ST7 を経た後の捲回体に対して乾燥を行って分極性電極 11 からの有機物の除去を行うとすると、電極 11 表面から蒸発した有機化合物等が、捲回体の内側に滞留し易いために、分極性電極 11 からの有機化合物の除去が不十分になるおそれがあるのに対して、本実施形態に係る製造方法のように、集電体接着工程で作製した電極体シート 10 を広げた状態で行えば、

集電体シート 1 0 表面近傍において前記有機化合物の蒸発物が滞留することなく飛散され、その結果、分極性電極 1 1 の有機化合物含有量を効率よく除去できる。

#### 【 0 0 2 8 】

また、連続乾燥工程 S T 6 で平面形状に広げた状態で電極体シート 1 0 の処理を行うので、本発明に係る製造方法にあつては、集電体接着工程 S T 5 と連続乾燥工程 S T 6 とを連続的に行うことが好ましい。つまり、集電体接着工程 S T 5 では、その工程の性質上、作製される電極体シートは平面形状とされるので、この状態を保持したまま連続乾燥工程 S T 6 へ移ることで、工程の効率化を図ることができる。また、集電体 1 9 と電極用シート 8, 8 とを接着している接着剤 1 8 の乾燥固化を連続乾燥工程 S T 6 によって行うこともできるため、この点においても製造の効率化を図れる。

#### 【 0 0 2 9 】

次に図 3 には、捲回工程 S T 7 及び真空乾燥工程 S T 8 並びに注液工程 S T 9 を示す。

図 3 A 及び図 3 B に示す捲回工程 S T 7 では、電極体 1 2 (分極性電極 1 1) とセパレータ 1 3 とを重ねて捲回して捲回体 1 4 を得る。即ち図 3 A に示すように、一对の電極体 1 2、1 2 の間にセパレータ 1 3 を配置し、続いて図 3 B に示すように電極体 1 2、1 2 及びセパレータ 1 3 を同時に捲回して捲回体 1 4 とする。

#### 【 0 0 3 0 】

尚、この捲回工程 S T 7 は、電気二重層コンデンサの一連の製造工程の雰囲気中で行われるため、係る雰囲気中に揮発している電解液成分 (例えばプロピレンカーボネート (以後、P C と表記する)) や、アセトンやアルコール等が分極性電極 1 1 の活性炭粉末に再吸着する場合がある。以後の本明細書では、再吸着したこれら揮発成分と先程の残存 I P A 及び D I P E を「有機化合物」と改めて総称する。

#### 【 0 0 3 1 】

次に図 3 B 及び図 3 C に示す真空乾燥工程 S T 8 では、捲回工程 S T 7 で得ら

れた捲回体 1 4 をコンデンサ容器 1 5 に挿入し、その後に捲回体 1 4 (分極性電極 1 1) 中に残存する有機化合物を真空乾燥により、好ましくは 3 0 0 (ppm (電極用シート重量に対して)) 以下の濃度になるまで除去する。

即ち図 3 B に示すように、捲回体 1 4 を中空円筒形の金属製のコンデンサ容器 1 5 に挿入した後、図 3 C に示すように捲回体 1 4 をコンデンサ容器 1 5 ごと真空乾燥機 3 7 内に設置し、 $10^{-1}$  Pa 以下の圧力で 1 2 0 °C 以上 2 0 0 °C 以下の温度で捲回体 1 4 (分極性電極 1 1) を真空乾燥する。この真空乾燥によって、分極性電極 1 1 に残存する有機化合物を、分極性電極の重量に対し好ましくは 3 0 0 (ppm (電極用シート重量に対して)) 以下、より好ましくは 1 5 0 (ppm (電極用シート重量に対して)) 以上 1 5 0 (ppm (電極用シート重量に対して)) 以下の範囲の濃度になるまで除去する。即ち、PC やアセトンやアルコール等の再吸着成分と残存 IPA と DIP E との合計量が、3 0 0 (ppm (電極用シート重量に対して)) 以下の濃度になるまで真空乾燥して除去する。

#### 【0 0 3 2】

有機化合物の濃度が 3 0 0 (ppm (電極用シート重量に対して)) を越えると、電解質イオンの吸着による電気二重層の形成が妨げられ、活性炭粉末 1 と電解液との間の拡散抵抗が大きくなり、電気二重層コンデンサ用の分極性電極 1 1 としての電極性能が低下するので好ましくない。また有機化合物の濃度は 0 (ppm (電極用シート重量に対して)) が最も好ましいが、現実には活性炭の高い吸着力により濃度を 1 5 0 (ppm (電極用シート重量に対して)) 未満まで低減するのがコスト及び電極の熱劣化の為に難しい。有機化合物の濃度が 1 5 0 ~ 3 0 0 (ppm (電極用シート重量に対して)) の範囲であれば、電気二重層の形成が大きく妨げられることがなく、活性炭粉末と電解液との間の拡散抵抗が過大になって電極性能が大幅に低下するおそれがない。

特に、本実施形態に係る分極性電極 1 1 では、先の電極乾燥工程 S T 6 により有機化合物の含有量が 8 0 0 (ppm (電極用シート重量に対して)) 以下まで低減されるので、真空乾燥工程 S T 8 による有機化合物の除去をより効率的に行うことが可能になっている。すなわち、短時間で所定 (好ましくは 3 0 0 ppm 以下 (電極用シート重量に対して)) の含有量にまで有機化合物の除去を行うことが

可能になっている。

#### 【0033】

最後に、図3Dに示す注液工程ST9では、ノズル38から電解液を注液し、更にコンデンサ容器15に封口体16を溶接等により接合する。このようにして電気二重層コンデンサ17が得られる。尚、電解液としてはPCに四級アンモニウム塩を溶解させたものを用いることができる。

#### 【0034】

上記の電気二重層コンデンサ用の分極性電極11は、活性炭粉末1にPTFE2が混合されてなるもので、先の連続乾燥工程ST6を経た後の状態において、この分極性電極11中に含まれる残留IPA、DIPE、PC、アセトン、アルコール類等の有機化合物の濃度が800(ppm(電極用シート重量に対して))以下となる。そして、真空乾燥工程ST8を経た後の状態では、有機化合物の濃度が好ましくは300(ppm(電極用シート重量に対して))以下の低レベルになる。従ってこの分極性電極11によれば、活性炭粉末の細孔内に残存する有機化合物量が少なくなって、電解質イオンの吸着による電気二重層の形成が妨げられるおそれなくなる。これにより、活性炭粉末の細孔内部に電気二重層が十分に形成され、活性炭粉末と電解液との間の拡散抵抗を小さくすることができる。

#### 【0035】

尚、上記分極性電極11に含まれる有機化合物の濃度が、連続乾燥工程ST6を経た後の状態で800(ppm(電極用シート重量に対して))を越えていると、係る分極性電極11を用いて電気二重層コンデンサを製造する場合に、加熱や減圧により電極の有機化合物を除去しようとしても、十分に除去できない、あるいは十分な除去に多大な時間を要するため好ましくない。

#### 【0036】

尚、真空乾燥工程ST8を経た後の状態における分極性電極11の有機化合物の濃度は0(ppm(電極用シート重量に対して))が最も好ましいが、現実には活性炭の高い吸着力により濃度を150(ppm(電極用シート重量に対して))未満まで低減するのが難しい。従って有機化合物の濃度が150~300(ppm(電極用シート重量に対して))の範囲であれば、電気二重層の形成が大きく妨げら

れることがなく、活性炭粉末と電解液との間の拡散抵抗が過大になって電極性能が大幅に低下するおそれがない。

### 【0037】

また、上記の電気二重層コンデンサの製造方法によれば、連続乾燥工程 S T 6 で除去しきれなかった残存 I P A や D I P E 等の有機化合物を、真空乾燥工程 S T 8 により、好ましくは 3 0 0 (ppm (電極用シート重量に対して))以下の濃度になるまで除去するので、活性炭粉末の細孔内に残存する有機化合物量を少なくすることが可能になり、活性炭粉末に対する電解質イオンの吸着による電気二重層の形成が妨げられるおそれなくなる。これにより、活性炭粉末の細孔内部に電気二重層が十分に形成されて活性炭粉末と電解液との間の拡散抵抗が小さな分極性電極 1 1 が得られ、もって高性能の電気二重層コンデンサを得ることができる。また、上記の電気二重層コンデンサ 1 7 の製造方法は、真空乾燥工程 S T 8 が注液工程 S T 9 の直前に設けられていることで、一連の製造工程の雰囲気中に含まれる水分及び有機化合物が分極性電極 1 1 に再吸着するおそれがないという利点も有している。

### 【0038】

#### 【実施例】

#### 「第 1 実施例」

#### (実施例 1 の電気二重層コンデンサの製造)

まず、活性炭粉末を次のようにして製造した。まず、フェノール樹脂を窒素気流中で 9 0 0 ℃、2 時間保持することで炭化処理を行った。次に得られた原料炭素を窒素気流中で再度昇温し、8 0 0 ℃に到達した時点で 5 % 水蒸気と 5 % 二酸化炭素を含む窒素混合ガスを流通させて、9 0 0 ℃で 2 時間保持することで賦活処理を行った。そして得られた活性炭を、ボールミル粉碎器で平均粒径が 2 ~ 1 5 μ m 程度になるまで粉碎することにより、活性炭粉末とした。

### 【0039】

次に、得られた活性炭粉末と結着材 (ポリ 4 フッ化エチレン) と潤滑用有機溶媒 (イソプロピルアルコール (I P A)) とを混練してシート状に成形する電極成形工程を行った。即ち、得られた活性炭粉末 8 4 重量部に対して、8 重量部の



ポリ四フッ化エチレン粉末（例えば三井デュボンフルオロケミカル製のテフロン 6 J（登録商標））と、8 重量部のアセチレンブラック（例えば、電気化学工業（株）製のデンカブラック（登録商標））を混合した。この混合物に更に 8 重量部の IPA を加えて混合し（原料混合工程）、更に二軸混練機で加圧混練を 8 分間行うことにより（混練工程）、ポリ四フッ化エチレンをフィブリル化させて塊状物とした。この塊状物をせん断型粉碎機で粉碎して平均粒径が約 1 mm 程度の粒状物を得た（粉碎工程）。得られた粒状物を用いて、シート化を行い、更に圧延を行うことにより、幅 1 1 0 mm の長尺の電極用シートを得た（シート化・圧延工程）。

#### 【0 0 4 0】

次に、幅 1 1 5 mm のアルミニウム箔（集電体）の両面に接着剤（例えば、ノーテプ工業（株）社製 G-5780A）を塗布してから、先程得られた電極用シートを集電体の両面に貼り合わせて電極体シートを得た（集電体接着工程）。

次に、得られた電極体シートを平面形状に広げた状態で乾燥させた（電極乾燥工程）。乾燥は、電極体シートを一方向に搬送させた状態で、シートの両面から 1 5 0 °C の乾燥空気を 3 リットル／分の流量で 3 0 分間あてて行った。

次に、電極体シートを 1 2 0 0 mm の長さに切断して電極体とし、この電極体を 2 枚用意した。次に、2 枚の電極体の間に厚さ 5 0  $\mu$  m のレーヨン製のセパレータを挟み、電極体とセパレータを渦巻き状に捲回して捲回体とした（捲回工程）。得られた捲回体を内径 5 0 mm、高さ 1 3 0 mm の中空円筒型のコンデンサ容器に挿入した。

次に、捲回体を収納したコンデンサ容器を真空乾燥機に入れ、圧力  $1 0^{-1}$  Pa、温度 1 6 0 °C、乾燥時間 2 4 時間の条件で真空乾燥を行った（真空乾燥工程）。

そして、PC に四級アンモニウム塩（組成；トリエチルメチルアンモニウムテトラフルオロボレート）が 1 . 8 モル／L の濃度で溶解してなる電解液を用意し、この電解液を真空乾燥後のコンデンサ容器内に注液し（注液工程）、さらに封口体で封口することにより、実施例 1 の電気二重層コンデンサを製造した。

#### 【0 0 4 1】

(比較例 1 の電気二重層コンデンサの製造)

電極乾燥工程を行わず、真空乾燥工程のみを行って比較例 1 の電気二重層コンデンサを製造した。真空乾燥工程における乾燥時間は 24 時間とした。

【0042】

(比較例 2 の電気二重層コンデンサの製造)

真空乾燥工程における乾燥時間を 48 時間とした以外は、上記比較例 1 と同様として比較例 2 の電気二重層コンデンサを製造した。

【0043】

(電気二重層コンデンサの特性試験)

上記実施例 1 及び比較例 1, 2 の電気二重層コンデンサについて、60℃でエージング処理を行った後、初期の内部抵抗の抵抗値を測定した。充電電流 30 A で端子電圧が 2.5 V になるまで充電し、端子電圧を 2.5 V に維持したままで 45℃で 1000 時間放置した後の抵抗値を測定した。そして、初期から 1000 時間までの抵抗値の上昇率を求めた。この場合初期の値を 1 とした。結果を表 1 に示す。

【0044】

表 1 に示すように、連続乾燥工程と真空乾燥工程とを行った実施例 1 の電気二重層コンデンサは、真空乾燥工程のみを 24 時間行った比較例 1 の電気二重層コンデンサに比して、初期抵抗値が低く、また抵抗上昇率が著しく改善されていた。さらに、真空乾燥工程のみを 48 時間行った比較例 2 の電気二重層コンデンサに対しても、初期抵抗値、抵抗上昇率のいずれも優れていた。

【0045】

【表 1】

	初期抵抗値 ( $\Omega \cdot \text{cm}^2$ )	耐久試験後抵抗上昇率 (倍)
実施例 1	6.4	1.35
比較例 1	8	2.5
比較例 2	7.3	1.45

【0046】

## (分極性電極中の有機化合物量の分析)

実施例 1 及び比較例 1, 2 の電気二重層コンデンサについて、ガスクロマトグラフによる有機化合物の分析を行った。各試料の分極性電極の分析結果を表 2 に示す。

ガスクロマトグラフによる分析は、真空乾燥後の分極性電極の一部をパーキンエルマー社製 ATD400 の熱脱着装置の試料管に充填し、ヘリウムガスを流しながら 350℃ で 10 分間加熱し、気化した成分を内部トラップに捕集し、この成分をガスクロマトグラフ装置に導入することにより行った。ガスクロマトグラフに用いたカラムは Spelco 社製の SPB-1 (長さ 60 m、内径 0.25 mm、膜厚 25  $\mu$  m) である。検出器には水素炎検出器 (FID) を使用し、定量はペンテンの強度で校正し、FID によるピーク強度が炭素数に比例すると仮定して行った。尚、各ピークの定性は質量分析にて行った。

## 【0047】

表 2 に示すように、検出された主な有機化合物は、イソプロピルアルコール (IPA)、ジイソプロピルエーテル (DIE)、プロピレン、酢酸イソプロピルであった。DIE、プロピレン及び酢酸イソプロピルは、混練用有機溶媒に用いたイソプロピルアルコールが、連続乾燥工程及び真空乾燥工程にて酸化、脱水縮合等することにより生成した化合物と考えられる。表 2 に示すように、連続乾燥及び真空乾燥を行った実施例 1 の分極性電極は、真空乾燥工程のみを行った比較例 1, 2 の分極性電極に比して、各有機化合物量が順次減少していることが分かる。すなわち、連続乾燥工程にて電極用シート重量に対して 800 ppm 以下にまで、有機化合物を除去することで、その後の真空乾燥で発生する DIE、プロピレン等の副生成物を減少させることができる。このように、本発明に係る製造方法は、分極性電極に含まれる有機化合物の除去に極めて有用である。

## 【0048】

【表 2】

検出成分	実施例 1	比較例 1	比較例 2
イソプロピルアルコール	67	265	96
ジイソプロピルエーテル	28	137	154
プロピレン	37	89	79
酢酸イソプロピル	30	73	66

## 【0 0 4 9】

このように、分極性電極の製造に際して、電極体シートを平面形状に広げた状態で乾燥させる連続乾燥工程を導入することで、コンデンサの初期抵抗値及び 1 0 0 0 時間後の抵抗上昇率を大幅に低減でき、かつその効果は、真空乾燥工程を短くしても十分に得られることが分かる。

これは、分極性電極に残留する有機化合物量が少なくなり、活性炭粉末の細孔内部に電気二重層が十分に形成され、活性炭粉末と電解液との間の拡散抵抗が小さくなってためと考えられる。

## 【0 0 5 0】

## 「第 2 実施例」

(実施例 2 の電気二重層コンデンサの製造)

集電体接着工程後の電極体シートを、熱風型の連続乾燥炉に導入し、温度 1 5 0 ℃の熱風を 1 0 L / 分の流量で 4 分間吹き付ける条件で連続乾燥（連続乾燥工程）を行い、更に真空乾燥工程における乾燥時間を 4 8 時間にしたこと以外は上記実施例 1 の場合と同様にして実施例 2 の電気二重層コンデンサを製造した。

## 【0 0 5 1】

(分極性電極中の有機化合物量の分析)

実施例 2、及び上記第 1 実施例で作製した比較例 2 について、真空乾燥工程後の分極性電極の一部を採取し、これを窒素ガス気流中で 3 0 0 ℃で 6 0 分間加熱することにより電極中の水分を水蒸気とし、この水蒸気をカルフィッシャー測定装置に導入することにより、水分量の測定を行った。また、先の第 1 実施例と同様の方法で、ガスクロマトグラフによる有機化合物の分析を行った。実施例 2 及び比較例 2 の分極性電極の分析結果を表 3 に示す。尚、表 3 における数値の単

位は (ppm (電極用シート重量に対して)) である。

また、実施例 2 及び比較例 2 について、第 1 実施例と同様にして初期抵抗値及び抵抗上昇率を測定した。結果を表 4 に示す。

【 0 0 5 2 】

【表 3】

	シート状乾燥前	シート状乾燥後	真空乾燥前	真空乾燥後
イソプロピルアルコール	15000	440	436	67
ジイソプロピルエーテル	0	12	12	28
プロピレン	0	15	14	30
酢酸イソプロピル	0	16	17	37
エタノール	120	25	86	13
アセトン	357	72	170	59
アセトアルデヒド	12	45	65	10

## 【0053】

【表4】

	初期抵抗値 ( $\Omega \cdot \text{cm}^2$ )	抵抗上昇率 (倍)
実施例2	6.1	1.23
比較例2	7.3	1.45

## 【0054】

表3に示すように、検出された主な有機化合物は、イソプロピルアルコール (IPA)、ジイソプロピルエーテル (DIPE)、プロピレン、酢酸イソプロピル、エタノール、アセトン、アセトアルデヒドであった。DIPE、プロピレン及び酢酸イソプロピルは、混練用有機溶媒に用いたイソプロピルアルコールが、連続乾燥工程及び真空乾燥工程にて酸化、脱水縮合等することにより生成した化合物と考えられる。またエタノールとアセトンは、コンデンサの製造工程の雰囲気中から活性炭に吸着した成分であると考えられる。また、アセトアルデヒドは、エタノールの酸化により生成したと考えられる。

表3に示すように、連続乾燥及び真空乾燥を行うことによって、各有機化合物量が順次減少していることが分かる。

## 【0055】

また表4に示すように、実施例2のコンデンサの初期抵抗値及び抵抗上昇率は比較例2よりも少なくなっており、表1に示す実施例1の特性との比較から、連続乾燥工程における乾燥を比較的緩やかに行っても連続乾燥工程の導入による有機化合物の除去効果を得ることができ、むしろ連続乾燥工程における加熱は穏やかにし、真空乾燥工程を長くすることで初期抵抗値が低く、及び抵抗上昇率が小さい優れた特性の電気二重層コンデンサが得られることがわかる。

## 【0056】

更に、真空乾燥工程における乾燥時間を24、78、96、144時間としたこと以外は比較例2と同様にして分極性電極を製造し、この分極性電極に含まれる有機化合物と水分の総量を分析した。図4には、連続乾燥工程を行なわなかった場合の、真空乾燥工程後の分極性電極に含まれる有機化合物及び水分の総量の

真空乾燥時間依存性を示す。

同様に、真空乾燥工程における乾燥時間を 2 4、7 8、9 6、1 4 4 時間としたこと以外は実施例 2 と同様にして分極性電極を製造し、この分極性電極に含まれる有機化合物と水分の総量を分析した。図 5 には、連続乾燥工程を行った場合の、真空乾燥工程後の分極性電極に含まれる有機化合物及び水分の総量の真空乾燥時間依存性を示す。

#### 【0 0 5 7】

水分に関しては、図 5 に示すように、連続乾燥工程を行った場合は 4 8 時間の真空乾燥で水分の量が 1 5 0 0 (ppm (電極用シート重量に対して)) 以下となり、一方、図 4 に示すように連続乾燥工程を行なわない場合でも 4 8 時間の真空乾燥で水分量が 1 5 0 0 (ppm (電極用シート重量に対して)) 以下となっている。また、図 5 と図 4 の水分量の曲線を比較すると、明らかに図 5 の連続乾燥工程を行った場合の曲線が図 4 の曲線よりも全体的に低くなっていることが分かる。従って、連続乾燥工程を行った場合には、連続乾燥工程を行なわない場合よりも真空乾燥時間を短縮できることが分かる。

#### 【0 0 5 8】

また有機化合物に関しては、図 5 に示すように、連続乾燥工程を行った場合は 4 8 時間の真空乾燥後の有機化合物量が 3 0 0 (ppm (電極用シート重量に対して)) 以下となり、一方、図 4 に示すように連続乾燥工程を行なわない場合は 7 2 時間の真空乾燥後の有機化合物量が 3 0 0 (ppm (電極用シート重量に対して)) 以下となっている。このように、連続乾燥工程を行った場合は真空乾燥時間を短縮できることが分かる。

#### 【0 0 5 9】

#### 【発明の効果】

以上、詳細に説明したように、本発明の分極性電極の製造方法によれば、電極成形工程後の電極乾燥工程において、電極用シートを略平面形状に広げた状態で電極用シートからの有機化合物の除去を行うので、分極性電極からの有機物の除去効率が向上し、その結果、活性炭粉末の細孔内部に電気二重層が十分に形成され、活性炭粉末と電解液との間の拡散抵抗が小さな分極性電極を得ることができ

る。

#### 【0 0 6 0】

また、電極乾燥工程により 8 0 0 (ppm (電極用シート重量に対して))以下の濃度になるまで有機化合物を除去するならば、分極性電極の有機化合物含有率を少なくすることが可能になり、係る分極性電極を用いた電気二重層コンデンサの製造に際して、さらに分極性電極の有機化合物含有率を低減することが可能になる。具体的には、後の真空乾燥工程での D I P E やプロピレン等の生成を抑えることができる。これにより、活性炭粉末の細孔内部に電気二重層が十分に形成され、活性炭粉末と電解液との間の拡散抵抗が小さな分極性電極を得ることができる。

#### 【0 0 6 1】

また本発明の電気二重層コンデンサ用の分極性電極によれば、分極性電極の有機化合物含有率が 8 0 0 (ppm (電極用シート重量に対して))以下なので、電解質イオンの吸着による電気二重層の形成が、電極に残った有機化合物によって妨げられるおそれなくなり、活性炭粉末の細孔内部に電気二重層が十分に形成されて、活性炭粉末と電解液との間の拡散抵抗が小さくなる。これにより、内部抵抗が少なく、静電容量が大きな電気二重層コンデンサを得ることができる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図 1】 本実施形態の電気二重層コンデンサの製造方法を説明する工程図

。

【図 2】 本実施形態の電気二重層コンデンサの製造方法を説明する工程図

。

【図 3】 本実施形態の電気二重層コンデンサの製造方法を説明する工程図

。

【図 4】 連続乾燥工程を行わない場合の、真空乾燥工程後の分極性電極に含まれる有機化合物及び水分の総量と真空乾燥の乾燥時間との関係を示すグラフ。

【図 5】 連続乾燥工程を行った場合の、真空乾燥工程後の分極性電極に含まれる有機化合物及び水分の総量と真空乾燥の乾燥時間との関係を示すグラフ。



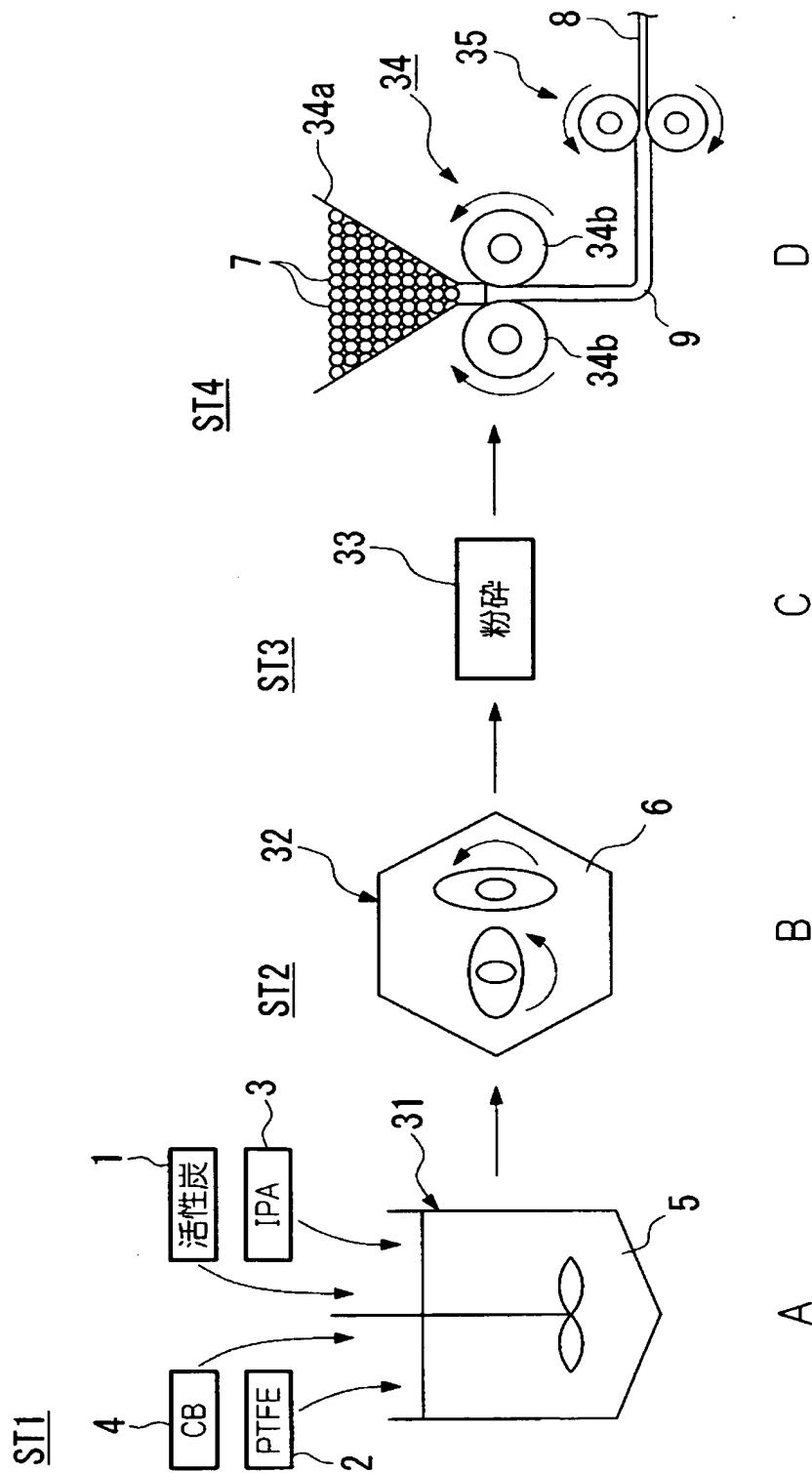
**【符号の説明】**

1…活性炭粉末、2…ポリ四フッ化エチレン（結着材）、3…イソプロピルアルコール（潤滑用有機溶媒）、11…分極性電極、13…セパレータ、17…電気二重層コンデンサ、ST1～ST4…電極成形工程、ST5～ST6…電極乾燥工程、ST6…連続乾燥工程、ST7…捲回工程、ST8…真空乾燥工程

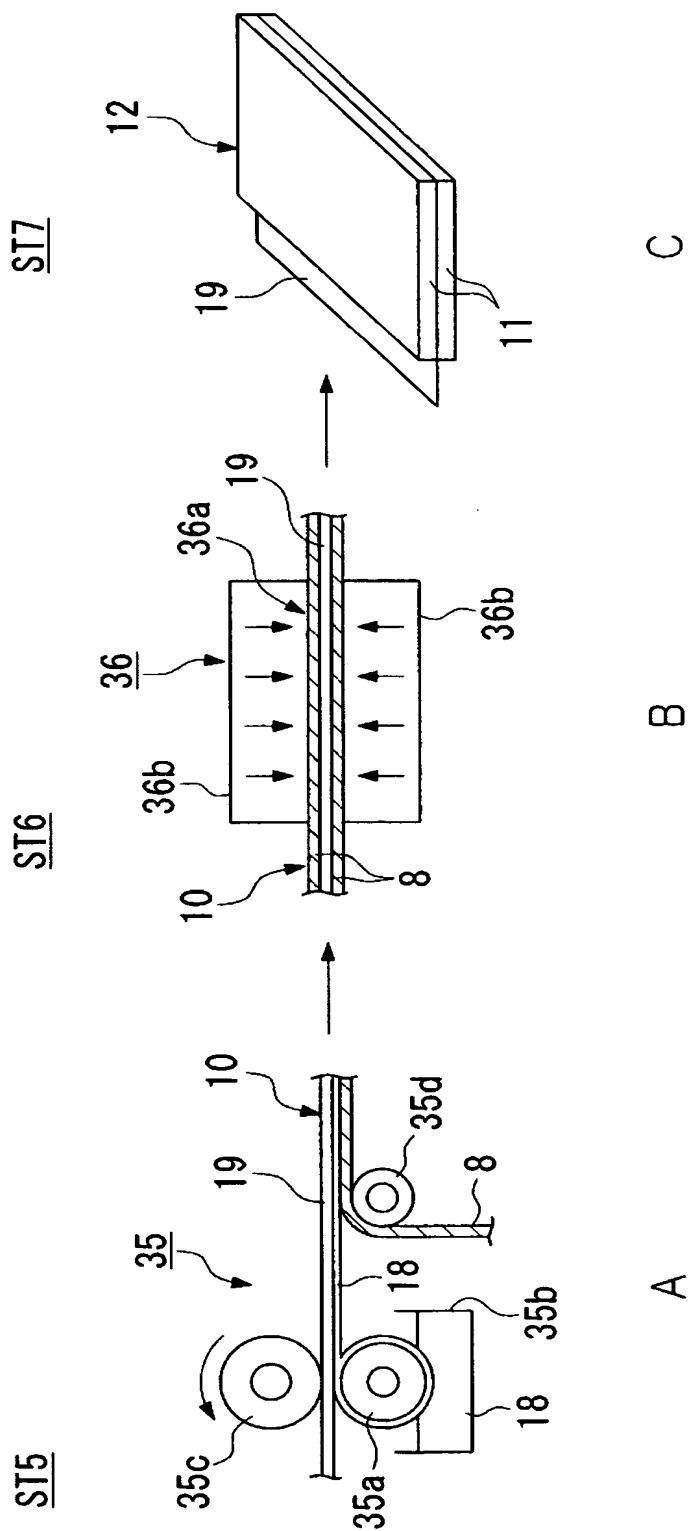
【書類名】

図面

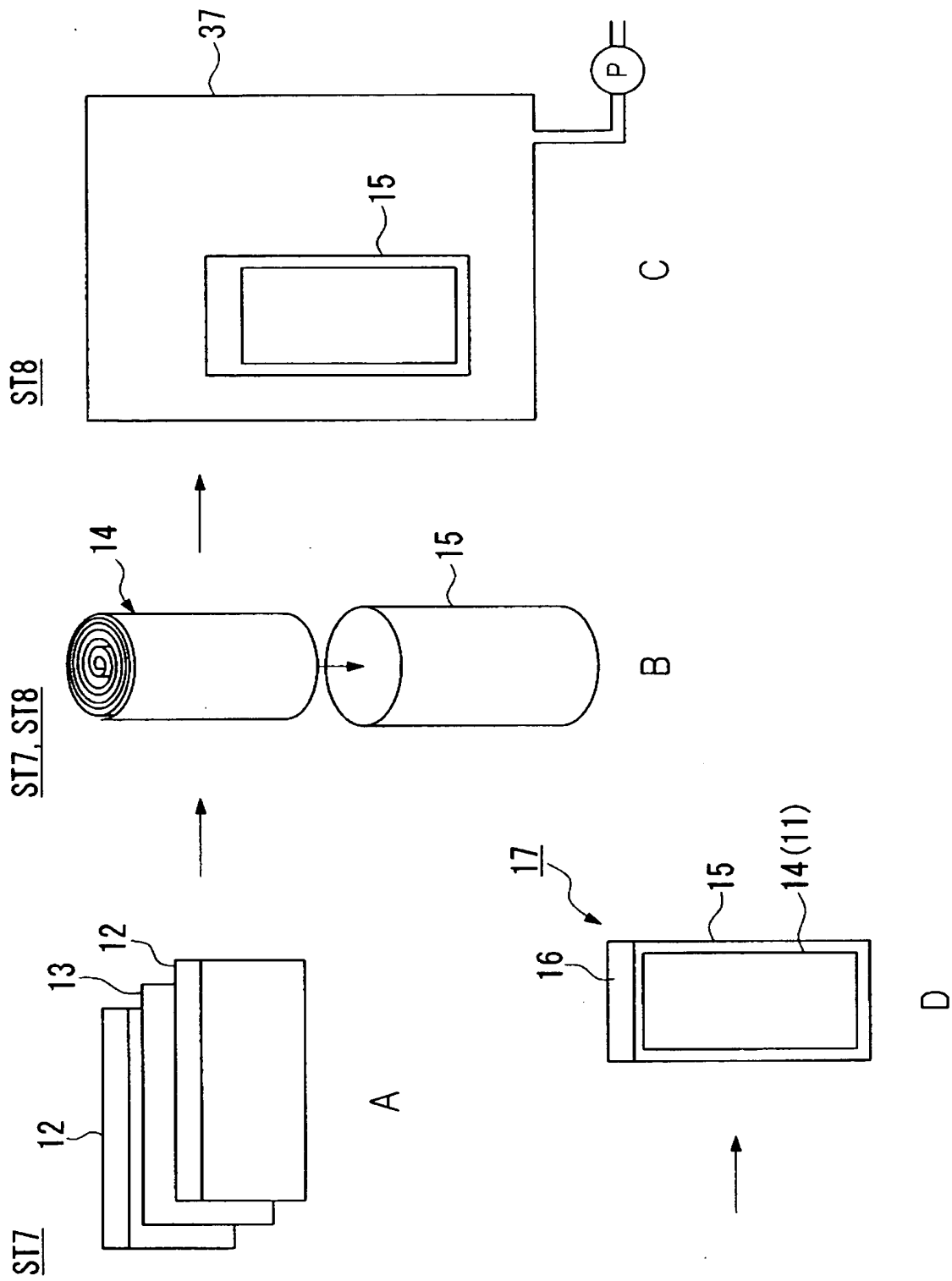
【図 1】



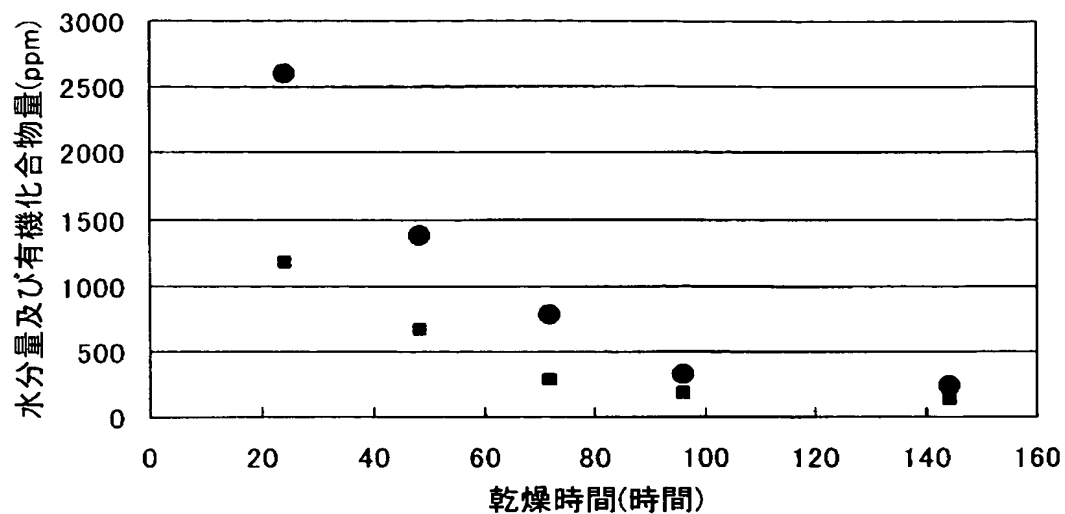
【図 2】



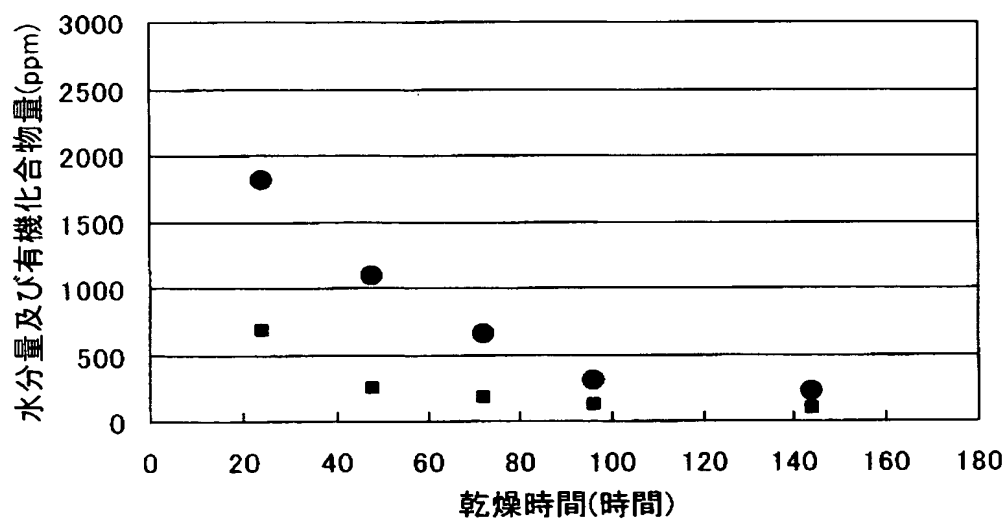
【図 3】



【図 4】



【図 5】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 潤滑用溶媒等の残留量が少ない分極性電極及びその製造方法を提供する。

【解決手段】 活性炭粉末と結着材と潤滑用有機溶媒とを混練してシート状に成形した電極の潤滑用有機溶媒を加熱除去して分極性電極とする電極乾燥工程において、前記電極をシート状に広げた状態で電極に含まれる潤滑用有機溶媒の除去を行う。

【選択図】 なし

## 認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2002-349174
受付番号	50201817028
書類名	特許願
担当官	第七担当上席 0096
作成日	平成14年12月 2日

## &lt;認定情報・付加情報&gt;

## 【特許出願人】

【識別番号】	000005326
【住所又は居所】	東京都港区南青山二丁目1番1号
【氏名又は名称】	本田技研工業株式会社

## 【特許出願人】

【識別番号】	591001282
【住所又は居所】	愛知県名古屋市中区栄二丁目3番1号 名古屋広 小路ビルディング13階
【氏名又は名称】	大同メタル工業株式会社

## 【代理人】

申請人

【識別番号】	100064908
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場3丁目23番3号 ORビ ル 志賀国際特許事務所
【氏名又は名称】	志賀 正武

## 【選任した代理人】

【識別番号】	100108578
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場3丁目23番3号 ORビ ル 志賀国際特許事務所
【氏名又は名称】	高橋 詔男

## 【選任した代理人】

【識別番号】	100101465
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場3丁目23番3号 ORビ ル 志賀国際特許事務所
【氏名又は名称】	青山 正和

## 【選任した代理人】

【識別番号】	100094400
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場3丁目23番3号 ORビ ル 志賀国際特許事務所

次頁有

## 認定・付加情報（続き）

【氏名又は名称】 鈴木 三義  
【選任した代理人】  
【識別番号】 100107836  
【住所又は居所】 東京都新宿区高田馬場 3 丁目 2 3 番 3 号 O R ビ  
ル 志賀国際特許事務所  
【氏名又は名称】 西 和哉  
【選任した代理人】  
【識別番号】 100108453  
【住所又は居所】 東京都新宿区高田馬場 3 丁目 2 3 番 3 号 O R ビ  
ル 志賀国際特許事務所  
【氏名又は名称】 村山 靖彦

次頁無



特願 2 0 0 2 - 3 4 9 1 7 4

出 願 人 履 歷 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 5 3 2 6 ]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 9 月 6 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都港区南青山二丁目 1 番 1 号

氏 名

本田技研工業株式会社

出願人履歷情報

[ 5 9 1 0 0 1 2 8 2 ]

1990年12月27日

新規登録

愛知県名古屋市北区猿投町2番地

大同メタル工業株式会社

2002年 9月17日

住所変更

愛知県名古屋市中区栄二丁目3番1号 名古屋広小路ビルディング13階

大同メタル工業株式会社